

## BL25SU 軟X線固体分光ビームライン

BL25SUは、種々の軟X線分光法を用いて固体物性を解明することを目的としており、ツインヘリカルアンジュレーターによる円偏光制御と高いエネルギー分解能を実現する光学設計を特色とする。常設装置として、光電子分光(PES)装置、光電子顕微鏡(PEEM)、二次元表示型光電子アナライザー(2D-PES)、電磁石式磁気円二色性(MCD)測定装置の合計4機の主力装置をビーム光軸に沿ってタンデムに配置している。また、近年はパルスマグネットを備えたMCD測定装置(Pulse-magnet XMCD)の利用頻度が高くなり、最下流の持ち込みスペースに、常設に近い形で設置されている。以上の装置を利用した研究によって、1997年の供用開始以来、300報を超える原著論文をはじめ、学位論文や受賞など、数多くの成果を創出してきた。

一方で、SPring-8次期計画を含めた将来において、共用軟X線ビームラインにおける利用研究を戦略的に発展させるためには、ビームラインの抜本的な改造が必要な時期に来ている。特に、これまでのデッキ構造では各測定装置における微小振動が、ナノビームを軸とした高度利用への展開を阻んできた。そこで、ナノビームとマイクロビームを利用するための基盤整備として2012年度よりBL改造計画を進めている。以下では、2012年度内の本改造計画に関する進捗をはじめ、各実験装置の状況について報告する。

### 1. ナノ・マイクロビーム利用基盤整備改造計画

本計画では、文部科学省「元素戦略プロジェクト<磁性材料研究拠点>」を実施するための軟X線ナノビームアプリケーションブランチを設置し、ビーム径 $\phi 100$  nmの「軟X線ナノビーム」による磁石材料組織のナノ磁気解析をメインターゲットにした研究を展開する。同時に、デッキを廃止して実験装置をホール床面に再配置することで振動の影響を回避し、 $\phi 10$   $\mu\text{m}$ 以下のマイクロビームによる角度分解光電子分光実験を主力としたマイクロビーム利用基盤を整備する。2012年度は、改造後のビームラインにおける光学系と実験装置の基本配置を図1のとおり決定した。図1に示す通り、マイクロビームを利用した角度分解光電子分光(ARPES)実験を実施するために必要な高分解能( $E/\Delta E > 10,000$ )を満たすAブランチと高輝度ナノビームの利用研究を展開するためのBブランチを設置する。光学ハッチ内には、A, B各ブランチへのビーム振り分け用前置鏡( $M0_{ab}$ )と、A, B各ブランチ用のサジタル集光ミラー( $M1_a, M1_b$ )を設置する。Aブランチには2D-PES、PEEM、PESの各装置を配置し、それぞれ、専用の後置鏡によって各実験に最適化した集光ビームを利用する。

一方、Bブランチには、Pulse-magnet XMCD装置、電磁石MCD装置に加え、フレネルゾーンプレート(FZP)

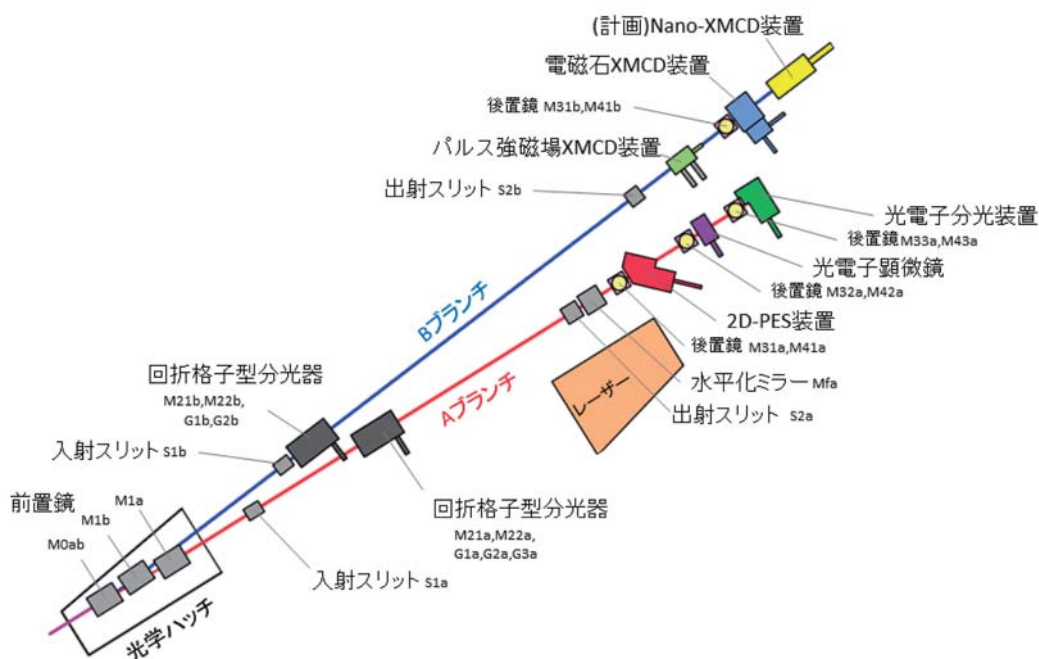


図1 ナノ・マイクロビーム利用基盤整備改造の完成予定図

を用いたナノビーム実験ステーションを設置する計画である。2012年度は、前置鏡 ( $MO_{ab}$ ,  $M1_a$ ,  $M1_b$ )、および分光器真空チャンバー、後置鏡チャンバーを設計・調達し、各コンポーネントの真空立ち上げのため、オフラインスペースに仮設置した。また、2012年度は、改造前後のビームライン性能を比較するための現状データの取得を行った。図2は、フロントエンドスリット (FE slit) の開口条件、および回折格子の種類を変化させた場合の光子フラックスを調査した結果である。測定には、Al (40 nm) コートされたシリコンPINフォトダイオード (IRD社製 AXUV-100) を、電磁石 XMCD 装置の下流側 (光源から約83m、ビーム径約  $1\text{ mm}^H \times 1\text{ mm}^V$ ) に設置して行った。さらに、電磁石 MCD 装置位置においてビームスポットプロファイルを測定し、図3の結果を得ている。図2、図3の結果は、改造後のビームライン性能に対する参考データとして利用する予定である。

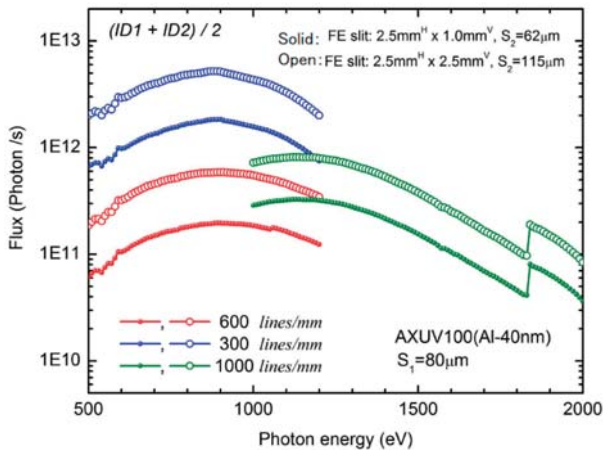


図2 光子フラックスのFE slit幅、および選択した回折格子との関係

## 2. 光電子分光装置

BL25SUの分光器の建設当初の設計は高エネルギー分解能を目的とし、中心刻線密度が比較的高い600本/mmと1000本/mmの回折格子が採用された。また、特に光電子分光ステーションにおいて、この分光器によって実現された分解能 ( $E/\Delta E > 10,000$ ) を活かした研究が行われてきた。

しかし、BL25SUでは光電子分光以外のステーションにおいて、エネルギー分解能よりもフラックスを重視する実験が年々増加し、全課題数の大半を占めるようになっていく。これらの実験には  $E/\Delta E = 2,000$  程度の分解能で十分であるが、これに前述の高刻線密度回折格子を用いることは、回折効率の点で不利になる。

そこで、その様な実験に最適化した低刻線密度 (300本/mm) の回折格子を2008年度に導入した。実際に300本/mmの回折格子では、800 eVの光を  $E/\Delta E = 2,000$  の分解能で比較した場合、600本/mmの回折格子に比べて光フラックスが約4.5倍に向上した。2012年度では、300本/mmの回折格子で到達できる最高分解能を、光電子分光装置を用いて評価した。その結果、900 eVの光エネルギーで  $E/\Delta E = 4,700$  の分解能を確認した。この場合、光電子分光のトータル分解能は約200 meVであり、例えば化学シフトが比較的大きい内殻の測定等には十分に実用的であることがわかった。この分解能での600本/mm回折格子とのフラックスの比較は今後行う予定であるが、前述の  $E/\Delta E = 2,000$  における比較結果から考えると、同程度のフラックスの向上が期待できる。今後、ビームラインの改造後においても、低濃度の添加物の分析等に本回折格子が威力を発揮すると期待される。この他、分光器に関しては、ビームライン改造前の基礎データとして、主に600本/mmの回折格子での各エネルギーに

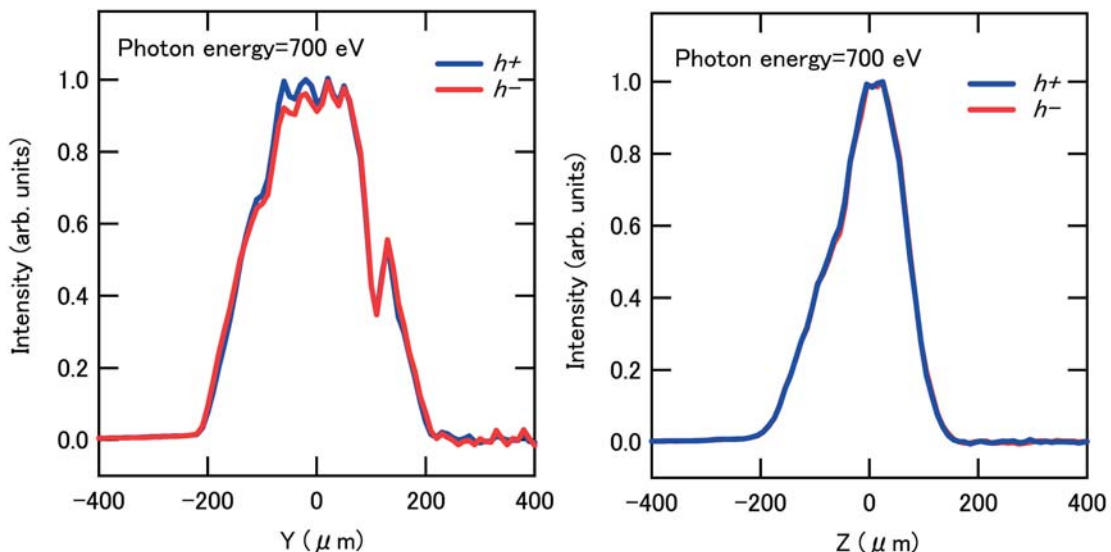


図3 電磁石 MCD 装置位置におけるビームスポットプロファイル(入射光エネルギー 700 eV)

おける分解能と光フラックスを測定した。これらの値を基に、改造後の分光器の評価を行う予定である。

また、2011年度に開発し、阻止電位型の単純な構造を有する光電子回折分析器は、ARPES実験において試料方位をin-situで決定するものである。2012年度の高度化では、球面電極の改良と高感度カメラの導入により鮮明な光電子回折パターンの測定が可能となった。

### 3. 光電子顕微鏡装置

光電子顕微鏡 (PEEM) 装置では、パルスレーザーを励起源としたポンプ-プローブ磁気イメージングについて、レーザー励起によって非可逆的に変化する磁区を撮像後の200~400  $\mu$ sの観測サイクル内でリセットするための小型パルス磁場印加機構が実用段階に入り、2012年度にはこの機構を用いた利用研究が順調に進められた。

また、2010年度より継続的に取り組んでいる高周波磁場/電場の真空中導入について、Aモード (23.6 ns等間隔バンチモード) の放射光パルスと同期させたマイクロ磁性体中の高周波磁気変調ダイナミクス観測に試験的に成功し、原著論文による発表を行った<sup>[1]</sup>。さらにGHz帯の高周波導入を目指し、現在も改良を進めている。

### 4. 2D-PES装置

2D-PES装置は2011年度に引き続き安定稼働し、原子構造と電子状態を同時に解析できる回折分光実験が多く行われた。測定対象は、脱硫触媒、グラフェン、色素太陽電池、SiNやSiC上薄膜などの先端材料である。2012年度はこの分野の専門の国際会議 (3D-AINAS) が開催された。これを含む4つの会議、研究会で招待講演されるなど、注目が集まりつつある。

### 5. 電磁石XMCD装置

MCD装置は最大1.9 T印加できる電磁石を備え、磁場下における磁性材料の元素別磁気解析 (磁気モーメントの導出や元素別磁気ヒステリシス) に利用されている。安定して運用されており、目立ったトラブルも発生していない。2012年度は、元素戦略プロジェクトの磁石材料研究において、200°C以上の高温磁気特性の計測が重要となり、これまで300°C以下で運用してきた高温試料ロッドについて、400°Cまでの測定試験を行った。

### 6. パルス磁場XMCD装置

パルス強磁場軟X線MCD測定技術は、世界的にもユニークな測定法であり、その最大印加磁場の増強も継続して行っている。試料への最大印加磁場値の向上は、測定対象となる強磁場物性現象の範囲を拡大するためにも重要な技術開発事項である。BL25SUでは2010年度に最大磁場21 TでのXMCD測定を成功させた後、2011年度までに

最大磁場を30 Tまで増強し、2012年度、その試験測定結果を含むレビューがSynchrotron Radiation Newsに掲載された<sup>[2]</sup>。

一方、本装置は非破壊型パルスマグネットと超高真空チャンバーが独立ではなく一体化された構造を有する。そのため、利用可能な最大磁場は、繰り返しの磁場発生に対する耐久性によって制限され、その実用的上限は約40 Tと見積もられるため、これまででも、40 Tを最大磁場の目標として開発を行ってきた。2012年度には、40 Tを目指す磁場増強の開発も最終段階に入り、新たに大容量パルス磁場電源を導入することで最大39.5 Tの磁場下での測定を成功させた。

一方、最大磁場を増加させるにつれ、データのノイズレベルが悪化する問題が深刻化しており、その解決が重要となっている。そこで、2012年度末に磁場発生時の試料振動を抑制するための試料抑え機構を設けた。本振動抑制機構の性能評価は2013年度に実施される。

以上の開発は2008年度JASRIの競争的資金 (GIGNO, 中村哲也)、および科学研究費等の援助を受けて東北大学金属材料研究所との共同研究として継続的に推進している。

### 参考文献

- [1] T. Ohkochi, A. Yamaguchi, M. Kotsugi, H. Hata, M. Goto, Y. Nozaki, T. Nakamura, H. Osawa and T. Kinoshita: *Jpn. J. Appl. Phys.* **51** (2012) 128001.
- [2] Y. Narumi, T. Nakamura, T. Kinoshita, Y.H. Matsuda and H. Nojiri: *Synchrotron Radiation News* **25**, No.6 (2012) 12.

利用研究促進部門

分光物性IIグループ

中村 哲也、小谷 佳範

辻 成希、木下 豊彦

応用分光物性グループ

室 隆桂之、大河内 拓雄

制御・情報部門

制御グループ

松下 智裕